(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) **N° de publication :** **2 938 531**

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **08 57826**

(51) Int Cl[8] : ***C 04 B 18/24*** *(2006.01)*

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 18.11.08.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 21.05.10 Bulletin 10/20.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire :** *Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

(71) **Demandeur(s) :** *SOCIETE COOPERATIVE AGRICOLE AX'ION Sté civile — SOCIETE COOPERATIVE AGRICOLE CERENA et SOCIETE COOPERATIVE AGRICOLE COHESIS Stés coopératives agricoles — NORIAP Sté coopérative agricole —, SOCIETE COOPERATIVE AGRICOLE O.C.E.A.L. Sté coopérative agricole — SYNERGIS UNION COOPERATIVES AGRICOLES —* COOPERATIVE *AGRICOLE VALFRANCE Sté coopérative agricole — UNION COOPERATIVE DE L'ARRONDISSEMENT DE CLERMONT — UNION DES COOPERATIVES AGRICOLES DE LA REGION D'ABBEVILLE* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** DE BRAECKELAER PHILIPPE, FENOUL FREDERIC, PRUDHOMME ERIC et BITONG ATAH CAROLINE.

(73) **Titulaire(s) :** STE COOPERATIVE AGRICOLE AX'ION Sté civile,STE COOPERATIVE AGRICOLE CERENA, STE COOPERATIVE AGRICOLE COHESIS,NORIAP,STE COOPERATIVE AGRICOLE O.C.E.A.L.,SYNERGIS UNION COOPERATIVES AGRICOLES,COOPERATIVE AGRICOLE VALFRANCE Stéscoopératives agricolesUNION COOPERATIVE DE L'ARRONDISSEMENT DE CLERMONT, UNION DES COOPERATIVES AGRICOLES DE LA REGION D'ABBEVILLE.

(74) **Mandataire(s) :** CABINET HARLE ET PHELIP.

(54) GRANULATS LEGERS D'ORIGINE VEGETALE ET LEUR PROCEDE DE FABRICATION.

(57) L'invention est relative à un procédé de fabrication de granulats légers par un procédé d'extrusion réactive d'une matière première végétale en présence de peroxyde. De manière préférée, la matière première végétale est riche en amidon. Dans certains modes de réalisation selon l'invention, cette matière première végétale est constituée par une matière brute céréalière et une huile.

Les granulats d'origine végétale selon l'invention sont utilisables pour la fabrication de matériaux de construction tels que les bétons légers.

FR 2 938 531 - A1

Titre de l'invention

Granulats légers d'origine végétale et leur procédé de fabrication.

Domaine technique de l'invention

L'invention est relative à de nouveaux granulats d'origine végétale et à leur procédé de fabrication, les granulats pouvant être utilisés pour la fabrication de bétons légers ou d'autres matériaux de construction à charge granulaire.

Etat de la technique

Le béton est le matériau le plus utilisé dans les travaux de construction, aussi bien dans le bâtiment que dans les travaux publics. Ses domaines d'application s'élargissent sans cesse grâce à la mise au point de nouvelles générations de bétons. Parmi ces nouveaux bétons, on distingue les bétons légers qui se caractérisent par une masse volumique inférieure à 1800 kg/m^3. Ils peuvent présenter une grande variété de propriétés physiques telles qu'une bonne capacité d'isolation thermique et phonique, une imperméabilité à l'eau, une résistance au gel ou une résistance physique à la compression comprise entre 1 et 60 MPa. Selon ses propriétés, le béton léger peut donc être utilisé dans la fabrication d'éléments de construction manufacturés, dans la réalisation d'ouvrage de haute spécificité tels que les ponts et les plateformes off-shore ou en tant que matériau d'isolation, de remplissage ou de sous-couche dans le bâtiment et les travaux publics. De plus, le béton léger peut permettre la réalisation de construction sur des sols de faible portance ou en présence de fondations allégées. Son utilisation conduit aussi à des économies de transport et à des gains de productivité à la mise en œuvre.

De manière générale, le béton est obtenu à partir d'un mélange d'eau, de ciment et de granulats, les granulats constituant environ les trois-quarts de la masse du matériau final. Une des méthodes les plus explorées pour l'obtention des bétons légers est donc la substitution des granulats « conventionnels » par des granulats dits légers. Les granulats légers les plus utilisés sont des granulats d'origine minérale tels que les granulats d'argile, de schiste et de laitier expansés, de vermiculite, de perlite et de pouzzolane. Ces granulats ont une masse volumique en vrac généralement

comprise entre 800 et 1000 kg/m^3 selon leur type et leur granulométrie, à l'exception de la vermiculite et de la perlite donnant lieu à des granulats de masse volumique inférieure à 450 kg/m^3. Les granulats d'origine minérale, selon leur nature, permettent de préparer toute une gamme de bétons allant des bétons d'isolation aux bétons de structure.

Néanmoins, en raison de l'épuisement des ressources minérales et du coût des procédés de fabrication, la mise au point de nouveaux granulats non minéraux est un enjeu économique majeur.

Il est décrit dans l'art antérieur un certain nombre de granulats légers non minéraux :

- Les granulats d'origine végétale : ils sont essentiellement constitués de fibres végétales minéralisées telles que le bois, le chanvre, le roseau.
- Les granulats d'origine organique : ils sont essentiellement constitués de matrices polymériques expansées telles que le polystyrène.

A cause de leur masse volumique en vrac d'environ 100 kg/m^3, ces granulats ne sont utilisés que pour la fabrication de bétons ultralégers, généralement destinés à l'isolation. Ils ne répondent donc que partiellement aux besoins actuels en granulats de substitution.

Le tableau ci-dessous présente une synthèse des types de granulats utilisés selon le type de béton désiré.

Tableau 1 : Type de bétons légers et exemples de granulats correspondants, D'après CIMbéton, Fiches techniques, G10, « le ciment et ses applications », p. CB1/6

Type de bétons	Masse volumique béton (kg/m^3)	Nature des granulats
Pour structure	1500 à 1800	Argile ou schiste expansé, laitier expansé
Semi-isolant et/ou porteur	1000 à 1500	Argile expansée, ponce
Isolant	300 à 800	Vermiculite, bois, liège, polystyrène expansé, verre expansé

Actuellement il existe donc un besoin concret en granulats alternatifs ou améliorés par rapport aux granulats connus.

Résumé de l'invention

La présente invention est relative à un procédé de fabrication de granulats utilisables pour la préparation d'un matériau de construction, comprenant une étape d'extrusion réactive d'une matière première végétale en présence d'un peroxyde suivie d'une étape de préparation des granulats.

De manière préférée, ledit procédé de fabrication de granulats est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :

(a) réaliser, dans un dispositif extrudeur, un mélange réactionnel comprenant (i) ladite matière première végétale, (ii) de 0,5% à 12% en poids d'une solution dudit peroxyde et (iii) de 10% à 60% en poids d'eau, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

(b) obtenir un extrudat par le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur.

(c) préparer les granulats à partir de l'extrudat obtenu à l'étape (b).

Dans le procédé de fabrication selon l'invention, le peroxyde est choisi parmi les peroxydes organiques et les peroxydes inorganiques. La matière première végétale est riche en amidon et consiste en une matière comprenant au moins 85% en poids d'un ou de plusieurs constituants obtenus à partir d'au moins une plante, le pourcentage en poids étant exprimé par rapport au poids total sec de la dite matière végétale.

Avantageusement, elle est constituée par 87% à 100% en poids d'une matière brute céréalière et par 0% à 13% en poids d'une huile, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale. Ladite matière première céréalière comprend un broyat de grains céréaliers et ladite huile est choisie parmi le groupe constitué par les huiles minérales, les huiles de synthèse, les huiles végétales, les huiles animales et le mélange desdites huiles.

La présente invention est aussi relative à des granulats légers d'origine végétale, susceptibles d'être obtenus par le procédé de fabrication selon l'invention. Ces granulats sont obtenus par transformation d'une matière première végétale et comprennent de 25% à 95% en poids de polysaccharides amylacés. De manière préférée, la transformation de la matière végétale a lieu en présence de peroxyde.

Les granulats d'origine végétale selon l'invention se caractérisent en ce qu'ils présentent :

(i) un coefficient d'absorption d'eau à 24 heures compris entre 60% et 300%,

(ii) une masse volumique en vrac comprise entre 200 kg/m^3 et 700 kg/m^3, et

(iii) une résistance à l'écrasement en vrac égale ou supérieure à 1,2 MPa.

La présente invention est, de plus, relative à l'utilisation des granulats selon l'invention pour la fabrication de matériaux de construction et aux matériaux de construction obtenus à partir desdits granulats.

Figures

Figure 1 : Evolution du coefficient d'absorption d'eau sur 10 min (1A) et sur 24h (1B) de différents types de granulats obtenus dans les conditions décrites dans l'exemple 1.

Description détaillée de l'invention

La présente invention est relative à un nouveau procédé de fabrication de granulats et une nouvelle génération de granulats légers d'origine végétale.

Le procédé de fabrication selon l'invention est de mise en œuvre facile, peu coûteuse et utilise une matière première végétale disponible. Le procédé permet, de plus, d'accéder à une large gamme de granulats d'origine végétale, ayant une masse volumique comprise entre 200 et 700 kg/m^3, conformes aux normes françaises en vigueur relatives aux granulats

légers destinés à la fabrication de bétons légers (normes NF EN 13055-1 et NF EN 13055-2).

Les granulats d'origine végétale, selon l'invention, sont utilisables pour la préparation de bétons d'isolation ou de bétons porteurs, peuvent être biodégradables et obtenus à partir de matières renouvelables. Contrairement aux granulats dérivant du bois et du liège, les granulats de l'invention constituent une alternative aux granulats d'origine minérale de type argile expansée pour la réalisation de bétons légers conventionnels ou d'autres matériaux de construction à charges granulaires.

Le premier objet de l'invention est un procédé de fabrication de granulats légers d'origine végétale utilisables pour la préparation d'un matériau de construction, ledit procédé comprenant une étape d'extrusion réactive d'une matière première végétale en présence d'un peroxyde suivie d'une étape de préparation des granulats.

Au sens de l'invention, « une matière première végétale » consiste en une matière comprenant au moins 85 % en poids d'un ou de plusieurs constituants obtenus à partir d'au moins une plante, le pourcentage en poids étant exprimé par rapport au poids sec total de ladite matière première végétale.

Dans certains modes de réalisation tels que présentés dans les exemples de la présente demande, la matière première végétale comprend 100% en poids d'un ou de plusieurs constituants obtenus à partir d'au moins une plante.

Préférentiellement, la « matière première végétale » est riche en amidon. Par « riche en amidon », on entend que la matière première végétale comprend au moins 25% et au plus 95% en poids d'amidon par rapport à son poids total sec. Selon l'invention, l'amidon englobe l'amidon, l'amylopectine, l'amylose et éventuellement le phytoglycogène.

Au moins 25% en poids d'amidon englobe au moins 30%, au moins 35%, au moins 40%, au moins 45% au moins 50%, au moins 55%, au moins 60%, au moins 65% en poids d'amidon.

Au plus 95% en poids d'amidon englobe au plus 90%, au plus 85%, au plus 75%, au plus 70% en poids d'amidon

Dans certains modes de réalisation tels qu'illustrés dans les exemples de la présente demande, le pourcentage en poids d'amidon contenu dans la

matière première végétale est compris entre 60% et 75% par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

La teneur en amidon de la matière première végétale peut être obtenue par une des méthodes de dosage décrites dans l'état de la technique. Dans le cadre de la présente invention, la teneur en amidon de la matière première végétale est préférentiellement déterminée à partir du dosage de l'amidon selon la méthode décrite dans la norme ISO 10520 :1997.

Avantageusement, la « matière première végétale » est préparée à partir d'une ou de plusieurs parties d'une ou de plusieurs plantes riches en amidon. A titre illustratif et non limitatif il peut être cité comme partie d'une plante riche en amidon : les grains des plantes céréalières, les grains des légumineuses, les rhizomes, les tubercules et éventuellement certains fruits tels que la banane. L'homme du métier pourra, de par ses connaissances générales, sélectionnées les plantes d'intérêt. Il pourra éventuellement identifier d'autres plantes d'intérêt non décrites dans l'art antérieur en dosant la teneur en amidon desdites plantes ou de certaines parties desdites plantes. A cette fin, l'homme du métier pourra utiliser une des méthodes de dosage de l'amidon décrit dans l'état de la technique. De manière préférée, l'homme du métier pourra utiliser la méthode décrite dans la norme ISO 10520 :1997.

Selon l'invention, l'extrusion réactive est un procédé qui couple un procédé d'extrusion classique avec une réaction chimique. Dans le cadre de la présente invention, la réaction chimique consiste en la réaction se produisant entre la matière première végétale et le peroxyde.

Le demandeur a montré qu'il est possible d'obtenir des granulats d'origine végétale par un procédé de fabrication ne comportant pas une étape de minéralisation de ladite matière première végétale. Le procédé selon l'invention est basé sur une étape d'extrusion réactive. De manière surprenante, les inventeurs ont observé que l'ajout de peroxyde pendant l'étape d'extrusion de la matière première végétale permet l'obtention de granulats ayant une combinaison de propriétés physico-chimiques adaptées pour leur utilisation dans la fabrication de bétons légers. Lesdits granulats présentent une masse volumique plus élevée, une capacité d'absorption de

l'eau plus faible, une structure cellulaire plus homogène – avec diminution de la taille des pores - et une résistance mécanique plus élevée que les granulats obtenus par extrusion de la même matière première végétale en l'absence de peroxyde. Au final, l'ajout de peroxyde rend possible l'obtention de granulats conformes aux normes françaises NF EN 12620 :2003, NF EN 13055-1 et NF EN 13055-2 relatives aux granulats légers pour la fabrication de béton.

Dans un mode de réalisation préféré, le procédé de fabrication des granulats comprend les étapes de :

(a) réaliser, dans un dispositif extrudeur, un mélange réactionnel comprenant (i) ladite matière première végétale, (ii) de 0,5% à 12% en poids dudit peroxyde et (iii) de 10% à 60% en poids d'eau, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

(b) obtenir un extrudat par le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur.

(c) préparer les granulats à partir de l'extrudat obtenu à l'étape (b).

A titre illustratif, selon la composition du mélange réactionnel ci-dessus énoncée, si l'on part de 100,0 kg de matière première végétale comportant un taux d'humidité de 10% c'est-à-dire ayant un poids sec de 90,0 kg, pour constituer le mélange réactionnel ci-dessus mentionné, il est nécessaire de rajouter de 0,45 kg à 10,8 kg de peroxyde et de 9,0 kg à 54,0 kg d'eau.

On entend par « dispositif extrudeur » tout dispositif thermiquement régulé permettant de réaliser un processus d'extrusion réactive. Préférentiellement, le dispositif extrudeur comporte un système fourreau/vis, une zone d'alimentation en solide, au moins un système d'injection de liquide et une filière. L'extrudeur peut comporter une ou plusieurs vis, qui peuvent, le cas échéant, être corotatives ou contrarotatives.

De manière avantageuse, le fourreau comprend au moins deux sections thermiquement indépendantes. Selon l'invention, une « section thermiquement indépendante » est une section du fourreau dont la

température peut être régulée indépendamment de la température de la ou des sections adjacentes. Une « section thermiquement indépendante » peut être constituée par plusieurs sections thermiquement indépendantes régulées à la même température.

Les peroxydes étant des oxydants, il est préférable d'utiliser un dispositif extrudeur dont les pièces métalliques en contact avec le mélange réactionnel sont adaptées aux conditions corrosives et oxydatives.

Dans ce mode de réalisation, la matière première végétale est introduite, dans la zone d'alimentation du dispositif extrudeur, sous une forme permettant de procéder à l'extrusion réactive. Préférentiellement, la matière première végétale est introduite sous forme d'un broyat pulvérulent ou d'une poudre. De par ses connaissances générales, l'homme du métier saura choisir la valeur de granulométrie dudit broyat ou de ladite poudre appropriée pour la réalisation du procédé d'extrusion réactive.

Le peroxyde peut être introduit pur ou dilué, sous forme solide ou préférentiellement sous forme dissoute dans un liquide approprié. Avantageusement, on introduit une quantité de peroxyde allant de 0,5% à 12% en poids par rapport au poids sec de la masse de ladite matière première végétale introduite dans le mélange réactionnel. L'introduction d'une quantité de peroxyde supérieure à 12% en poids provoque une altération de la microstructure des granulats avec augmentation de leur coefficient d'absorption de l'eau et diminution de leur résistance mécanique. L'introduction d'une quantité de peroxyde inférieure à 0,5% n'a pas d'effet significatif sur les caractéristiques des granulats comparativement aux granulats obtenus en l'absence de peroxyde. Pour une quantité de peroxyde comprise entre 0,5% et 12%, une variation continue de la structure et des propriétés physiques des granulats finaux est attendue.

Pour certains modes de réalisation tels qu'illustrés dans les exemples de la présente demande, la quantité de peroxyde est comprise entre 5% et 6% en poids par rapport au poids sec de la matière première végétale.

On appelle généralement « expansion » l'augmentation de volume que subit le mélange réactionnel à la suite de son passage sous pression à travers l'orifice de faible diamètre de la filière. La différence de pression entre l'intérieur du dispositif extrudeur et le milieu extérieur combinée à une

évaporation au moins partielle de l'eau contenue dans le mélange extrudé engendre une expansion de volume de l'extrudat. Ce phénomène peut donner une structure poreuse ou alvéolaire à l'extrudat final. Une telle structure alvéolaire ou poreuse est dite « expansée ».

La quantité d'eau introduite pour la réalisation du mélange réactionnel est un paramètre contrôlant l'expansion finale de l'extrudat et, par la même, la structure finale des granulats.

L'eau a tendance à diminuer la viscosité du mélange réactionnel et le taux de contrainte qu'il subit pendant l'étape d'extrusion réactive. Pour l'obtention de granulats destinés à être utilisés en tant que charge granulaire dans des matériaux de construction, il est préférable que la quantité d'eau introduite soit comprise entre 10% et 60% en poids sec de la dite matière première végétale. Si la quantité d'eau introduite est inférieure à 10% en poids, les granulats obtenus à partir de l'extrudat se caractériseront par une structure fortement expansée comportant de larges pores induisant une résistance mécanique trop faible pour envisager leur utilisation comme charge granulaire. Par ailleurs, l'énergie mécanique pour traiter par extrusion réactive est d'autant plus importante que la viscosité du produit est grande. Si la quantité d'eau est supérieure à 60%, la pâte ainsi obtenue sera trop liquide pour être traitée efficacement. Les contraintes appliquées à la pâte seraient en effet trop faibles et le passage dans un extrudeur s'assimilerait ainsi à un simple traitement thermique, perdant tout l'intérêt du traitement mécanique.

Dans certains modes de réalisation tels qu'illustrés dans les exemples de la présente demande, le pourcentage en eau peut être compris entre 25% et 45% en poids par rapport au poids sec de la matière première végétale

Le procédé selon l'invention permet donc d'obtenir toute une gamme de granulats aux propriétés physico-chimiques distinctes en modulant les quantités d'eau et de peroxyde introduites dans le mélange réactionnel. L'homme du métier saura ajuster expérimentalement les quantités d'eau et de peroxyde à ajouter à la matière première végétale compte tenu (i) de la nature de la matière première végétale et (ii) des caractéristiques souhaitées pour les granulats finaux.

Pendant le procédé d'extrusion, il est nécessaire que le mélange réactionnel soit chauffé, sur au moins une section du fourreau du dispositif extrudeur, à une température allant de 120°C à 140°C, préférentiellement à 130±5°C. Une température inférieure à 120°C ne permet pas une fusion effective du mélange réactionnel – en particulier des polysaccharides compris dans la matière première végétale – alors qu'une température supérieure à 140°C implique une dégradation importante des polymères constituant la matière première végétale et donc une forte altération de la matrice de l'extrudat final.

La durée totale de l'étape d'extrusion réactive est fonction du débit d'alimentation des pompes et de la vitesse de rotation des vis. Généralement, ladite durée est inférieure à deux minutes. Préférentiellement, la durée à laquelle le milieu réactionnel est chauffé à une température entre 120°C et 140°C est comprise entre 5 et 100 secondes. En effet, une durée de chauffage supérieure à 100 secondes entraîne une altération de la matrice finale de l'extrudat alors qu'une durée de chauffage inférieure à 5 secondes ne permet pas un avancement de la réaction entre le peroxyde et la matière première végétale suffisant pour l'obtention de granulats utilisables pour la fabrication d'un béton.

Il est à noter que le mélange réactionnel peut ne pas atteindre instantanément une température comprise entre 120°C-140°C dès son introduction dans la zone de transformation de l'extrudeur. L'homogénéisation thermique du mélange réactionnel à une température de 120°C-140°C est atteinte rapidement avec la progression du milieu réactionnel à travers le fourreau.

L'étape (c) de préparation des granulats comprend une étape de découpe de l'extrudat pour générer les granulats. La découpe peut être effectuée grâce à un appareil de découpe qui sera choisi par l'homme du métier de manière à générer les granulats de taille et de forme désirées. Préférentiellement, la découpe peut être effectuée avec un couteau granulateur positionné immédiatement en sortie de la filière dudit dispositif extrudeur. Le procédé selon l'invention permet l'obtention de granulats homogènes en taille et en forme, la taille et la forme desdits granulats étant définies par la filière, l'appareil de découpe et les paramètres de conduite de

l'appareil de découpe. En fonction du débit de traitement de la pâte, c'est-à-dire en fonction du débit de sortie de l'extrudat, la fréquence de rotation du couteau granulateur est ajustée pour obtenir des granulats de forme cylindrique. Les granulats peuvent aussi avoir une forme plutôt sphérique selon l'ajustement des différents paramètres.

De manière surprenante, les inventeurs ont montré qu'il est préférable de refroidir le mélange réactionnel à une température inférieure à 95°C sur la partie terminale du dispositif avant son extrusion à travers la filière pour éviter une éventuelle dégradation de l'extrudat due à la présence du peroxyde. Néanmoins, il est nécessaire de ne pas refroidir le mélange réactionnel à une température en-dessous de 70°C car le mélange réactionnel serait alors d'une viscosité trop grande pour être extrudé ou pour donner lieu à une expansion satisfaisante.

Dans un mode de réalisation préféré, l'étape (b) du procédé selon l'invention comprend l'obtention d'un extrudat par (i) le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur (ii) suivi par le refroidissement dudit mélange réactionnel à une température comprise entre 70°C et 95°C.

Dans des modes de réalisation particuliers, l'étape (b) du procédé selon l'invention comprend l'obtention d'un extrudat par (i) le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur (ii) suivi par le refroidissement dudit mélange réactionnel à une température de 85±5°C.

Pour procéder à ce mode de réalisation du procédé de fabrication des granulats, on utilise avantageusement un dispositif extrudeur approprié qui comprend un fourreau équipé d'au moins deux sections indépendantes thermiquement.

En raison de la réactivité des peroxydes, il peut être avantageux d'homogénéiser le mélange réactionnel dans le dispositif extrudeur à basse température pour contrôler les potentielles réactions exothermiques.

Ainsi, dans un mode de réalisation particulier, l'étape (a) du procédé selon l'invention est réalisée à basse température.

On entend par « température basse » une température régulée permettant de contrôler les réactions exothermiques potentielles résultant de l'ajout du peroxyde. Cette température peut être avantageusement choisie entre 5°C et 40°C.

Dans un mode particulier de réalisation, le procédé selon l'invention comprend les étapes de :

(a) réaliser, dans un dispositif extrudeur, un mélange réactionnel comprenant (i) ladite matière première végétale, (ii) de 0,5% à 12% en poids dudit peroxyde et (iii) de 10% à 60% en poids d'eau, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale, ledit mélange réactionnel étant préparé et homogénéisé à une température basse.

(b) obtenir un extrudat par un processus comprenant (i) le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur (ii) suivi par le refroidissement dudit mélange réactionnel à une température comprise entre 70°C et 95°C.

(c) préparer les granulats à partir de l'extrudat obtenu à l'étape (b).

Avantageusement, un dispositif extrudeur approprié pour la mise en oeuvre du mode de réalisation ci-dessus cité comprend un fourreau équipé d'au moins trois sections indépendantes thermiquement. Le mélange réactionnel peut être alors homogénéisé à basse température dans la première section thermiquement indépendante du dispositif extrudeur.

Les divers modes de réalisation du procédé de fabrication qui sont décrits ci-dessus sont réalisables sur tout type de dispositif extrudeur à la condition que ledit dispositif extrudeur comporte au moins le nombre de sections thermiquement indépendantes nécessaire pour réaliser l'étape d'extrusion du mode de réalisation considéré.

Selon le type de dispositif extrudeur utilisé, l'homme du métier sait, de par ses connaissances générales, adapter et optimiser expérimentalement les paramètres de conduite de l'étape d'extrusion - autres que la température et la composition du mélange réactionnel précédemment définies - pour la mise en oeuvre du procédé de fabrication précité. Une fois

le procédé de fabrication mis au point sur un dispositif extrudeur donné, l'homme du métier sait transposer les paramètres de conduite - autres que la température et la composition du mélange réactionnel définies par l'invention – pour la réalisation du procédé de fabrication selon l'invention sur un autre dispositif extrudeur analogue.

La transposition des paramètres de conduite peut être réalisée grâce à l'équation qui relie (i) l'énergie mécanique spécifique (EMS) mise en œuvre lors de la conduite du procédé aux (ii) caractéristiques du dispositif extrudeur et aux paramètres de conduite de production sur ledit dispositif extrudeur.

Dans un mode de réalisation préféré, le dispositif extrudeur selon l'invention est une extrudeuse monovis comportant au minimum le nombre de sections thermiquement indépendantes nécessaire à la mise en œuvre du mode de réalisation du procédé de fabrication considéré. Dans le cas d'une extrudeuse à mono-vis l'énergie mécanique spécifique (EMS) est définie par :

$$EMS = P/Q$$

Où P est la puissance délivrée par le moteur (en W) et Q le débit massique de l'extrudeur (en kg/s).

Dans un mode de réalisation préféré, le dispositif extrudeur selon l'invention est une extrudeuse à bi-vis comportant au minimum le nombre de sections thermiquement indépendantes nécessaire à la réalisation du mode de réalisation du procédé de fabrication considéré. Dans le cas d'un extrudeur à bi-vis co-rotative l'énergie mécanique spécifique (EMS) est définie par :

$$EMS = (V*U*I*\cos phi)/(Vmax*Q)$$

où V est la vitesse des vis, Vmax la vitesse maximale autorisée par la machine, Q le débit, U la tension du moteur, I l'ampérage du moteur et cos phi le rendement énergétique du moteur du dispositif extrudeur à bi-vis co-rotative avec Vmax, U et cos phi sont des paramètres intrinsèques de l'extrudeuse à bi-vis considérée.

A titre illustratif et non limitatif, il est possible d'obtenir des granulats, utilisables pour la préparation d'un béton léger, par l'un des procédés de fabrication précédemment cités en utilisant une extrudeuse bi-vis avec une EMS fixée entre 70 et 140 Wh/kg.

Comme cela a été présenté ci-dessus, une caractéristique essentielle d'un procédé de fabrication de granulats selon l'invention est la présence de peroxyde lors de l'étape d'extrusion réactive de la matière première végétale. Quelque soit le mode de réalisation du procédé décrit ci-dessus, ledit peroxyde peut être un peroxyde inorganique ou un peroxyde organique.

A titre d'exemples illustratifs et non limitatifs de peroxydes organiques utilisables pour la réalisation du procédé selon l'invention, il peut être cité les peroxydes de dialkyles, de diacyles, de cétones, de sulfonyles, de silyles, les hydroperoxydes, les peroxyacides, les peroxyesters, les peroxycetals et le peroxydicarbonate et plus précisément, le peroxyde de dibenzoyle, le peroxyde de lauroyle et le peroxyde de butyle tertiaire.

A titre d'exemples illustratifs et non limitatifs de peroxydes inorganiques utilisables pour la réalisation du procédé selon l'invention, il peut être cité le peroxyde d'hydrogène, les peroxydes métalliques, les sels de peroxyde (c'est-à-dire les sels contenant l'anion O_2^{2-}), les sels se dissociant dans l'eau pour former du peroxyde d'hydrogène tels que les sels de superoxyde (c'est-à-dire les sels contenant l'anion O_2^-) et les composés dans lesquels on trouve une ou plusieurs molécules de peroxyde d'hydrogène. A titre d'exemple, il peut être cité le peroxyde carbamide qui est un adduit d'urée et de peroxyde d'hydrogène.

Le peroxyde est préférentiellement introduit dans le mélange réactionnel sous forme solide ou, préférentiellement, sous forme dissoute dans l'eau.

Dans un mode de réalisation préféré du procédé de fabrication selon l'invention, le peroxyde est un peroxyde inorganique tel que le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde de sodium, le peroxyde de potassium et les mélanges desdits peroxydes.

Dans un mode de réalisation préféré, la matière première végétale selon l'invention est constituée de 87% à 100% en poids d'une matière brute céréalière et par 0% à 13% en poids d'une huile, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

Au sens de l'invention, on entend par « matière brute céréalière », une matière comprenant comme constituant principal un broyat de grains céréaliers riche en amidon issu d'au moins une plante céréalière.

Au sens de l'invention, un « constituant principal » est un constituant qui représente plus de 50% en poids, préférentiellement plus de 70% en poids de la matière sèche totale de ladite matière brute céréalière. Par « broyat de grains céréaliers riche en amidon», on entend le broyat brut de grains céréaliers entiers, le broyat brut d'une partie des grains ou un broyat raffiné, tel qu'une farine, obtenu à partir des broyats bruts à la condition que ledit « broyat de grains céréaliers » présente un pourcentage massique en poids sec compris entre 40% et 95% d'amidon. La matière brute céréalière comprend essentiellement de l'amidon en combinaison avec d'autres macromolécules telles que des protéines, des lipides et les polysaccharides non amylacés initialement présents dans le grain.

A titre illustratif, un broyat brut de grains de blé entiers peut contenir 70% d'amidon.

Sans être lié par une quelconque théorie, le demandeur pense que la présence de macromolécules végétales autres que l'amidon est importante pour l'obtention de granulats utilisables pour la fabrication de matériaux de construction. Bien que l'amidon soit l'élément de matrice principal, lesdites macromolécules végétales autres que l'amidon sont importantes car elles sont impliquées dans des réactions chimiques (par exemple de réticulation) pendant le processus d'extrusion réactive qui conditionnent la structure finale et les propriétés physiques du granulat.

Il est généralement convenu que les plantes céréalières appartiennent à la famille des *Poacées* (ou graminées). Au sens de l'invention, les familles botaniques se caractérisant par la production de grains telles que le sarrasin ou le quinoa sont aussi assimilées aux plantes céréalières. De manière préférée, une plante céréalière présente des grains possédant une teneur élevée en amidon c'est-à-dire supérieure à 40% en poids par rapport au poids sec desdits grains. Préférentiellement, la teneur en amidon est déterminée à partir du dosage de l'amidon par la méthode décrite dans la norme ISO 10520 :1997. A titre illustratif et non limitatif de plantes céréalières dont les grains céréaliers ont une teneur élevée en amidon, on

peut citer le blé, le seigle, l'orge, l'escourgeon, le triticale, l'avoine, le sarrasin, le riz, le sorgho, l'épeautre, le maïs et le quinoa.

Dans un mode de réalisation préféré, la dite matière brute céréalière consiste en un broyat de grains issus d'au moins une plante céréalière. Avantageusement, le broyat de grains est un broyat de grains entiers.

Dans un mode de réalisation particulier, la dite matière brute céréalière est constituée par des grains broyés d'au moins une plante céréalière et d'un ou de plusieurs constituants broyés de la partie aérienne, autre que les grains, d'au moins une plante céréalière ou non céréalière.

Selon l'invention, un « constituant de la partie aérienne d'une plante » est toute partie d'une plante autre que ses racines. A titre illustratif et non limitatif, il peut s'agir, selon la plante considérée, de la tige, du tronc, des feuilles, des épis, des fruits, de tout fragment ou de toute combinaison desdites parties.

Préférentiellement, il s'agit de résidus d'exploitations agricoles dérivant essentiellement de plantes céréalières et de plantes fourragères.

Dans un mode de réalisation avantageux, les grains broyés et le ou les plusieurs constituants broyés de la partie aérienne d'une plante proviennent de la même plante céréalière.

Selon l'invention, il est avantageux que la matière première végétale consiste en la combinaison d'une matière brute céréalière et d'une huile. La présence d'huile pendant l'étape d'extrusion permet de moduler les propriétés finales des granulats : l'huile, du fait de sa capacité de lubrification, diminue l'expansion et, du fait de sa nature hydrophobe, diminue le coefficient d'absorption de l'eau des granulats finaux. Néanmoins, un ajout d'huile supérieur à 13% en poids, par rapport au poids sec de la matière végétale, ne permet pas d'obtenir un produit pulvérulent lorsqu'elle est mélangée avec le broyat de grains céréaliers et ne peut donc être mise en œuvre dans le cadre d'un procédé d'extrusion.

Dans certains modes de réalisation tels qu'illustrés par les exemples de la présente demande, la quantité d'huile contenue dans la matière première végétale est comprise entre 3% et 5,5% en poids par rapport au poids sec total de la matière première végétale.

L'huile peut être choisie parmi les huiles végétales, minérales, de synthèse et animales et les mélanges desdites huiles à la condition que le mélange constitué par la matière brute céréalière et ladite huile ne soit pas un amalgame et conserve un aspect pulvérulent.

A titre illustratif et non limitatif, il peut être cité comme huile végétale d'intérêt pour la présente invention : l'huile de palme, l'huile de tournesol, l'huile de coprah, l'huile d'arachide, l'huile de colza, l'huile de soja, l'huile de ricin, leurs mélanges et les huiles hydrogénées desdites huiles, ainsi que certains sous produits de la raffinerie d'huiles végétales comme la stéarine de palme.

A titre illustratif et non limitatif, il peut être cité comme huile minérale d'intérêt pour la présente invention : les huiles de paraffine, les huiles naphthaléniques et les huiles aromatiques.

A titre illustratif et non limitatif, il peut être cité comme huile de synthèse d'intérêt pour la présente invention : les poly-alpha-oléines (PAO), les huiles de silicone et les esters synthétiques.

A titre illustratif et non limitatif, il peut être cité comme huile animale d'intérêt pour la présente invention : l'huile de poisson.

Préférentiellement, l'huile est choisie parmi le groupe constitué par les huiles végétales, les huiles de paraffines, les huiles poly-alpha-oléines et les mélanges desdites huiles.

Dans un mode de réalisation préféré, l'huile est choisie dans le groupe des huiles végétales constitué par l'huile de palme, l'huile de tournesol, l'huile de coprah, l'huile d'arachide, l'huile de colza, l'huile de soja et l'huile de ricin.

Eventuellement, l'huile peut être une stéarine végétale qui est fluidifiée par chauffage avant d'être ajoutée à la matière céréalière brute pour permettre l'homogénéisation du mélange (c'est-à-dire de ladite matière végétale brute).

Une combinaison avantageuse de réactifs pour la réalisation d'un procédé de fabrication de granulats selon l'invention consiste en :

(i) un peroxyde inorganique tel que, à titre illustratif non limitatif, le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde de sodium et le peroxyde potassium dissout dans l'eau

(ii) une matière première végétale consistant en une matière brute céréalière et en une huile végétale telles que définies précédemment.

Un tel choix de réactifs présente l'avantage de générer des granulats biodégradables à partir de matières renouvelables. Par ailleurs, le procédé de fabrication des granulats selon l'invention ne produit pas de déchets (gazeux) néfastes pour l'environnement.

Les granulats obtenus par l'un quelconque des procédés de fabrication ci-dessus cités peuvent présenter une teneur en eau supérieure à 15% du poids sec des granulats. On précise que la majeure partie de l'eau du mélange réactionnel est évaporée au cours du processus d'extrusion réactive. Pour éviter la dégradation des granulats durant leur stockage ou pour des utilisations spécifiques, il est nécessaire que ce taux soit inférieur à 10%, préférentiellement inférieur à 5%.

Ainsi dans certains modes de réalisation du procédé selon l'invention l'étape (c) de préparation des granulats comprend une étape finale consistant à sécher les granulats. Comme procédé pour le séchage des granulats, on peut utiliser tout procédé approprié connu. A titre illustratif et non limitatif, il peut être cité comme procédé de séchage convenable : le séchage sur lit fluidisé, le séchage en étuve chauffante, le séchage par force centrifuge, le séchage en dessicateur, le séchage sous vide. L'homme du métier saura, par ses connaissances techniques, adapter la durée et les autres paramètres de séchage de telle sorte à obtenir les granulats avec la teneur en eau souhaitée.

De plus, dans un mode particulier de réalisation du procédé selon l'invention, l'étape (c) du procédé peut être suivie par une étape additionnelle (d) d'enrobage des granulats, préférentiellement par un agent d'enrobage hydrophobe. L'enrobage a pour finalité de former à la surface des granulats une couche hydrophobe qui réduira le coefficient d'absorption de l'eau. De plus, lorsque les granulats sont utilisés pour la préparation de matériaux de construction tels que le béton, cette couche hydrophobe limite les échanges entre les granulats et le liant hydraulique dans lequel ils sont incorporés. Ledit agent hydrophobe peut être choisi parmi les cires, les résines

végétales, les huiles végétales, les huiles minérales et les huiles de synthèse. L'agent d'enrobage doit préférentiellement se présenter sous forme liquide, sa viscosité étant le facteur limitant pour son utilisation dans des systèmes classiques comme les turbines d'enrobage. Préférentiellement, l'agent hydrophobe est choisi parmi le groupe constitué par les huiles végétales, les résines végétales, les huiles de paraffine, la cire d'abeille et les cires de carnauba et de candelila. Il peut être utilisé comme procédé d'enrobage tout procédé que l'homme du métier de par ses connaissances générales considérera comme adapté. A titre illustratif et non limitatif, il peut être cité comme procédé d'enrobage convenable les procédés connus par l'homme du métier les procédés basés sur l'utilisation de mélangeurs à bras mobile ou à cuve mobile, convoyage, du cylindre rotatif ou de la vis d'application.

Un mode de réalisation avantageux du procédé de fabrication des granulats précédemment cité comprend :

(i) comme combinaison avantageuse de réactifs :

(a) un peroxyde inorganique tel que, à titre illustratif non limitatif, le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde de sodium et le peroxyde potassium dissout dans l'eau et

(b) une matière première végétale consistant en une matière brute céréalière et en une huile végétale telles que définies précédemment.

(ii) comme agent d'enrobage avantageux un agent choisi parmi les huiles végétales, les résines végétales, la cire d'abeille et la cire de carnauba.

Une telle combinaison présente l'avantage de générer des granulats biodégradables fabriqués à partir de matières renouvelables.

Finalement, les procédés de fabrication de granulats précédemment cités selon l'invention présentent les avantages de :

(i) utiliser une matière première végétale et des réactifs disponibles, compétitifs et renouvelables

(ii) générer des granulats de taille et de forme définies

(iii) pouvoir générer des granulats biodégradables à partir de matières renouvelables.

(iv) être de mise en œuvre facile et flexible.

On entend par «flexible » le fait que les procédés de fabrication selon l'invention permettent d'accéder à toute une gamme de granulats d'origine végétale par modulation de la composition du mélange réactionnel à savoir :

(i) la quantité de peroxyde

(ii) la quantité d'eau

(iii) la quantité d'huile comprise dans la « matière première végétale »

Sachant que l'eau, le peroxyde et l'huile permettent de contrôler (a) l'expansion, (b) l'homogénéité de la structure cellulaire (c) la taille des pores et (d) l'hydrophobicité des granulats, propriétés qui influencent le coefficient d'absorption de l'eau, la masse volumique et la résistance mécanique à la compression desdits granulats.

De manière générale, le demandeur a montré que le procédé de fabrication selon l'invention permet d'accéder à toute une gamme de granulats d'origine végétale de forme ronde ou de forme cylindrique de 4 mm de diamètre, de masse volumique en vrac comprise entre 200 kg/m^3 et 700 kg/m^3, de coefficient d'absorption de l'eau à 24 heures compris entre 60% et 300% et de résistance mécanique à la compression supérieure à 1,2 MPa.

La présente invention est également relative à un granulat d'origine végétale susceptible d'être obtenu par les procédés de fabrication selon l'invention ci-dessus cités.

Le granulat d'origine végétale selon l'invention se caractérise en ce qu'il est obtenu par transformation d'une matière première végétale et qu'il comprend de 25% à 95% en poids de polysaccharides amylacés, ce pourcentage étant exprimé par rapport au poids total de la matière sèche dudit granulat.

Le taux final en polysaccharides amylacés des granulats finaux est corrélé à la teneur en amidon de la matière première végétale. La teneur en amidon de la matière première végétale est préférentiellement déterminée grâce à la méthode de dosage décrite dans la norme ISO 10520 :1997.

Au sens de l'invention, « une matière première végétale » consiste en une matière comprenant au moins 85 % en poids d'un ou de plusieurs constituants obtenus à partir d'au moins une plante, le pourcentage en poids étant exprimé par rapport au poids sec total de ladite matière première végétale.

Préférentiellement, la « matière première végétale » est riche en amidon. Par « riche en amidon », on tend que la matière première végétale comprend de 25% à 95% en poids d'amidon par rapport à son poids sec total.

Dans certains modes de réalisation, la matière première végétale comprend de 60% à 75% en poids d'amidon par rapport à son poids sec total.

On entend par « transformation » un procédé de fabrication de granulats basé sur un processus mécanique, un processus thermique, un processus chimique ou une combinaison desdits processus, ledit procédé impliquant une « modification de la composition chimique » de la matière première végétale. On entend par modification de la composition chimique de la matière première végétale des modifications chimiques de ses constituants de base (en particulier des polysaccharides, des lipides, des protéines). Néanmoins, la composition élémentaire de ladite matière végétale est peu modifiée puisque comportant essentiellement les atomes d'oxygène, d'azote, de carbone et d'hydrogène.

A titre illustratif, l'extrusion réactive correspond à la combinaison d'un processus chimique, d'un processus mécanique et d'un processus thermique.

Au sens de l'invention, les polysaccharides amylacés consistent en l'amidon (natif ou modifié) et l'amidon transformé. On entend par « amidon transformé » l'amidon, initialement présent dans la matière première végétale, transformé sous l'action d'un processus mécanique, d'un processus thermique, d'un processus chimique ou d'une combinaison desdits processus. Au sens de l'invention, le terme « amidon transformé » regroupe l'amidon fragmenté ou hydrolysé, l'amidon oxydé, l'amidon réticulé ou l'amidon substitué par une molécule de type peptidique ou lipidique

Les polysaccharides amylacés peuvent être dosés par une technique de dosage ou une combinaison de techniques de dosage décrites dans l'art

antérieur. A titre illustratif, il peut être utilisé les méthodes décrites dans les normes ISO 10520:1997, 11213:1995, 11214 :1996, 11215 :1998, 11216 :1998 ou 11543 :2000.

Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, la « transformation » comprend le processus chimique consistant à faire réagir un peroxyde sur la matière première végétale.

Préférentiellement, le granulat d'origine végétale selon l'invention se caractérise en ce qu'il est obtenu par transformation d'une matière première végétale en présence de peroxyde et qu'il comprend de 25% à 95% en poids de polysaccharides amylacés, ce pourcentage étant exprimé par rapport au poids sec dudit granulat.

Le peroxyde est choisi parmi les peroxydes organiques et les peroxydes inorganiques. Des exemples de peroxydes d'intérêt selon l'invention ont été décrits précédemment dans la présente demande.

Avantageusement, ledit processus chimique est combiné à un processus thermique et à un processus mécanique, le processus chimique étant un chauffage compris entre 120°C-140°C pour déstructurer l'amidon et le processus mécanique étant un malaxage ou une agitation pour homogénéiser le mélange réactionnel, ces processus étant réalisés dans un réacteur chimique.

Dans certains modes de réalisation, la transformation comprend un processus d'extrusion réactive réalisé en présence d'un peroxyde.

Dans un mode de réalisation préféré, les granulats selon l'invention sont caractérisés en ce que ladite matière première végétale est constituée par une matière brute céréalière et une huile. Les définitions de « matière brute céréalière » et d'« huile » au sens de l'invention sont celles précédemment définies dans la présente invention.

Selon le choix de la matière première végétale et le type de transformation de ladite matière première végétale, le demandeur a montré qu'il possible d'obtenir un granulat tel que défini précédemment et présentant la spécificité d'être biodégradable et obtenu à partir de matière renouvelable.

Le granulat selon l'un quelconque des modes de réalisation précédents présente une structure cellulaire c'est-à-dire une structure

comportant des pores uniformément réparties dans la matrice les constituant.

Avantageusement, le granulat d'origine végétale selon l'invention, présente une masse volumique en vrac comprise entre 200 kg/m^3 et 700 kg/m^3, et un coefficient d'absorption d'eau à 24 h allant de 60% à 300%.

De manière préférée, le coefficient d'absorption d'eau à 24 h desdits granulats est compris entre 60% et 200%.

Compte tenu de la structure cellulaire des granulats, un tel coefficient d'absorption d'eau à 24h traduit un gonflement modéré de la matrice des granulats lors de leur immersion dans un liquide aqueux. Ce résultat est étonnant compte tenu de la forte teneur de leur matrice en polysaccharide, en particulier en amidon transformé. Cette caractéristique essentielle des granulats conditionne leur comportement dans un liant hydraulique lors de la préparation d'un matériau de construction tel que le béton hydraulique. Grâce à leur faible coefficient d'absorption d'eau, les granulats vont modérément gonfler, voire peu gonfler, lors de la formulation du matériau ce qui implique que leur perte de volume pendant la phase de séchage du matériau va être faible, limitant ainsi la formation de poches de vide dans la matrice du matériau final.

Par ailleurs, les granulats selon l'invention présentent une résistance à l'écrasement en vrac supérieur à 1,2 MPa.

Avantageusement, les granulats selon l'invention peuvent présenter une résistance à l'écrasement en vrac supérieure ou égale à 2,5 MPa.

Selon l'application visée, les granulats selon l'invention peuvent être de formes variées, préférentiellement cylindrique ou sphérique. En fonction de la filière d'extrusion choisie et de la fréquence de rotation du couteau granulateur, la taille des granulats peut être ajustée librement. Ainsi en réglant ces paramètres pour obtenir des granulats ronds de diamètre inférieur à 4 mm, les granulats produits peuvent prétendre à l'appellation « sable pour béton et mortier », conformément à la norme XP P 18-545. Pour obtenir des « gravillons pour mortier et béton », il convient d'ajuster ces paramètres pour obtenir des granulats dont la plus grande dimension caractéristique est comprise entre 4 et 63 mm.

En fonction des propriétés physiques ci-dessus mentionnées, les granulats selon l'invention sont conformes aux normes NF EN 13055 -1 relatives aux granulats légers pour béton.

La présente invention est également relative à l'utilisation des granulats décrits ci-dessus pour la fabrication de matériaux de construction.

Selon l'invention, « un matériau de construction » est un matériau utilisable dans les travaux du bâtiment, les travaux publics et dans la réalisation de structure artistique ou de décoration. A titre illustratif et non limitatif, le matériau de construction peut être un matériau d'isolation phonique, un matériau d'isolation phonique et thermique, un matériau porteur, un matériau de décoration, un matériau de remplissage.

A partir de la large gamme de granulats selon l'invention - en terme de propriétés physico-chimiques -, il est possible de préparer une large gamme de matériaux de construction.

Un autre objet de l'invention est donc un matériau de construction caractérisé en ce qu'il est fabriqué à partir des granulats selon l'invention.

Le matériau de construction peut être obtenu à partir d'une formulation comprenant un liant liquide et les granulats. Ladite formulation prend en masse par séchage et permet d'accéder audit matériau de construction. Préférentiellement, le liant est un liant hydraulique choisi parmi le groupe constitué par les ciments, les plâtres, les cendres type pouzzolanes, les laitiers granulés de haut fourneau, les chaux et leurs mélanges.

L'homme du métier pourra se référer aux méthodes classiques de préparation de matériau de construction à partir de granulats et du liant telles que décrites dans les fiches techniques publiées par CimBéton (tomes 1 et 2 de la collection technique, disponible gratuitement sur infociments.fr).

Dans un mode de réalisation préféré, le matériau de construction selon l'invention est un béton léger.

Le liant hydraulique utilisé est, dans ce mode de réalisation, un ciment. Selon le type de granulat utilisé, le béton léger a une masse volumique comprise entre 300 et 1800 kg/m^3 et est donc utilisable, selon les normes en vigueur, en tant que béton porteur, béton semi-porteur ou béton d'isolation.

Pour la réalisation d'un béton léger selon l'invention, l'homme du métier pourra se référer aux méthodologies standard décrites dans la norme NF EN 206-1. Généralement, les granulats sont introduits en une quantité telle qu'ils représentent au moins 70% en poids du poids sec du béton léger final.

Selon les caractéristiques physiques ou esthétiques souhaitées pour le béton selon l'invention, il peut être additionné à la formulation béton (c'est-à-dire au mélange granulats-ciment) des fillers, des colorants, des adjuvants, des fibres et des granulats autres que ceux de l'invention.

Exemple 1 : Préparation des granulats

1. Préparation de la matière première végétale

Des grains de blé entiers sont broyés par un broyeur à broches de type Alpine. Le broyat obtenu possède une teneur en amidon de 70 % déterminée par la méthode décrite dans la norme ISO 10520:1997. De l'huile de tournesol ou de l'huile de palme est additionnée au broyat précédemment obtenu. Après homogénéisation, le mélange est pulvérulent et contient un taux d'humidité de 7% en poids

Plusieurs matières premières végétales ont été préparées telles que décrites ci-dessous :

Tableau 2 : Composition de la matière première végétale.

Les pourcentages sont des pourcentages en poids exprimés par rapport au poids sec de la matière première végétale.

Matière première végétale	Broyat de grains de blé entiers (%)	Huile de tournesol (%)	Huile de palme hydrogénée (%)
MV1	96,97	3,1	0
MV2	94,7	0	5,3
MV3	100	0	0

2. Procédé de fabrication des granulats

a. Dispositif extrudeur

Le dispositif extrudeur utilisé est l'extrudeuse bivis co-rotative BC21 (Clextral, Framatome). L'extrudeuse BC21 présente une entrée d'injection de

liquide en amont du fourreau. Son fourreau comprend neuf sections thermiquement indépendantes. Elle est munie d'une filière de profil circulaire de 4 mm de diamètre. Un couteau-granulateur est disposé en sortie de cette filière.

b. Mode opératoire de l'extrusion réactive

La matière première végétale est introduite dans le treillis d'alimentation de l'extrudeuse et est injectée dans le fourreau avec un débit de 6,6 ± 0,4 kg/h. L'eau de formulation est injectée de manière continue à un débit de 2,3 ± 0,4 l/h par l'entrée d'injection de liquide. L'eau de formulation correspond à de l'eau ou à de l'eau comprenant une concentration massique en peroxyde d'hydrogène comprise entre 1,4 et 28 %.

Le mélange réactionnel eau de formulation-matière première végétale subit un processus d'extrusion réactive à travers l'ensemble du fourreau de l'extrudeuse selon le profil de température suivant :

Tableau 3 : Profil de température durant le processus d'extrusion réactive. Valeurs moyennes calculées sur 6 mises en œuvre du procédé. Section : section thermiquement indépendante du fourreau, T : température en °C.

	Zone basse	Zone d'homogénéisation thermique				Zone maintien			Zone refroidissement	
N° section	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Avant filière
T (°C)	12	23	80	80	124	128	130	126	99	85

La vitesse de rotation des vis est de 150 tr/min. L'énergie mécanique spécifique mise en œuvre pour la conduite du procédé est de 120 Wh/kg. La pression en tête de l'extrudeur, juste en amont de la filière est comprise entre 12 et 22 MPa. L'extrudat en sortie de filière est découpée en granulats cylindriques de 4 mm de diamètre pour 8 mm de long par le couteau granulateur.

Les granulats obtenus sont ensuite séchés sur un sécheur à air fluidisé de type Retsch 3014.

Ci-dessous sont mentionnées les différentes conditions expérimentales utilisées pour générer les granulats :

Tableau 4 : Caractéristiques du mélange réactionnel formé dans l'extrudeur. Les pourcentages correspondent à un pourcentage en poids calculé par rapport au poids sec de la matière première végétale.

N° granulats	Matière première végétale	Peroxyde (%)	Eau (%)
1	MV1	0	36
2	MV1	5,5	29
3	MV3	0	43
4	MV3	5,5	43
5	MV2	5,5	43
6	MV3	13	40

Exemple 2 : Evaluation des propriétés physiques des granulats

1. Matériel et méthode

a. Teneur en eau

La mesure est réalisée selon la norme NF 1097-5 Un échantillon de granulats est pesé et placé dans une coupelle. Ils sont ensuite séchés dans une étuve à 105°C (±3°C) pendant 24 heures, puis à nouveau pesés. La teneur en eau des granulats est la différence de masse engendrée par le séchage rapportée à la masse finale des granulats séchés.

b. Masse volumique en vrac

La mesure est réalisée selon la norme NF 1097-3. Une masse M de granulats est placée dans un récipient gradué. Ce contenant est légèrement agité de façon à répartir de la manière la plus homogène possible les granulats et à obtenir une surface la plus plane possible. La masse volumique vrac s'obtient en divisant la masse de granulat par le volume qu'ils occupenet mesuré par lecture sur le récipient gradué.

c. Coefficient d'absorption d'eau à 24 h (coeff. eau)

La mesure est réalisée selon la norme NF 1097-6. Un échantillon de granulats est préalablement séché à l'étuve à 105°C (±3°C) pendant 24°C. A l'instant t=0, les granulats sont pesés (leur masse est alors M0) puis plongés dans l'eau. Ils sont ensuite retirés à intervalles réguliers de temps, essuyés pour éliminer l'eau de surface et pesés (leur masse est alors M(t)). Le coefficient d'absorption est alors exprimé comme le rapport de la différence de masse M(t) – M0 par la masse sèche du granulat M0. Le coefficient d'absorption est calculé pour t = 20 s, 40s, 60s, 90s, 300s, 7200s (2h) et 86400s (24h). La dernière valeur est généralement retenue comme référence.

d. Résistance à l'écrasement individuel.

La résistance des granulats est testée grâce à un matériel adapté de type texturomètre TAXT 2i ou machine universelle Instron. Un granulat est comprimé à vitesse constante faible (0.1 m/s). On mesure la force qu'il est nécessaire d'appliquer pour maintenir cette vitesse constante et on retient la force enregistrée au moment de la fracturation du granulat, c'est-à-dire quand la force connait un décrochage abrupt (forte décroissance). La résistance est ainsi calculée en faisant le rapport de cette force par la surface apparente (contact granulat/sonde) du granulat (estimée par une mesure de ses dimensions caractéristiques). Les essais sont répétés huit fois pour obtenir une mesure représentative.

e. Temps de prise

Le temps de prise est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de ciment de consistance normalisée jusqu'au moment où elle atteint une valeur spécifiée. Un mélange ciment/granulat/eau est préparé et placé dans un moule. Un prisomètre automatique (appareil dont l'aiguille s'enfonce dans l'échantillon de béton en cours de séchage) est alors utilisé. Le séchage commence à l'instant t=0. On cherche à mesurer l'instant à partir duquel l'aiguille ne s'enfonce plus dans la totalité de l'échantillon

2. Résultats et discussion

Les résultats obtenus sont résumés ci-dessous :

Tableau 5 : Propriétés physiques des granulats

N/A : Non déterminé

N° granulats	Masse volumique vrac (kg/m^3)	Coefficient d'absorption d'eau après 24h (en % de la matière sèche)	Résistance à écrasement (N/mm^2)	Temps de prise (h)
1	487	363,8	N/A	4,2
2	**467**	**153,4**	**6,21 ± 1.87**	**5, 3**
3	202	523,1	0,70 ± 0,16	10,5
4	231	331,5	1,01 ± 0,26	8
5	329	276,3	1,03 ± 0,23	6,3
6	300	N/A (*)	2,50 ± 0,41	N/A(*)

(*) Les granulats n°6 se sont désagrégés dans l'eau et dans la matrice de ciment, rendant ainsi impossible la détermination du coefficient d'absorption après 24h et du temps de prise.

On vérifie aisément que les granulats obtenus en présence de peroxyde sont bien des granulats à destination des bétons allégés puisque leur masse volumique est relativement faible. Les coefficients d'absorption d'eau après 24 h peuvent être réduits aux alentours de 150% alors même qu'un granulat formulé à partir de farine céréalière seulement, en l'absence de peroxyde, exhibe des niveaux d'absorption supérieurs à 500% (granulats N°3). La résistance à l'écrasement est satisfaisante puisque dans l'ensemble supérieure à 1 N/mm^2. Enfin, le temps de prise peut être maintenu en de ça de 6 heures si la quantité de peroxyde introduit est inférieur à 12%, ce qui rend compatible l'utilisation de ces bétons allégés formulés à partir de granulats « renouvelables » avec les contraintes d'un chantier.

Exemple 3 : Préparation d'un béton léger

Un échantillon de béton léger peut être préparé à partir de la formulation suivante (les fractions indiquées sont des fractions massiques) :

- 2/9 de ciment CPA 52,5R
- 2/3 d'un mélange sable normalisé/granulats, ces derniers représentant 30, 50 ou 100% du tout.
- 1/9 d'eau

Le mortier ainsi obtenu est ensuite malaxé, d'abord à faible vitesse pendant 1 minute, puis à très grande vitesse pendant 30 secondes. Le mélange est ensuite laissé au repos pendant 1min30 avant d'être à nouveau mélangé à vitesse maximale pendant 1 minute. Le matériau peut alors être mis en place.

Revendications

1. Procédé de fabrication de granulats d'origine végétale utilisables pour la préparation d'un matériau de construction, comprenant une étape d'extrusion réactive d'une matière première végétale en présence d'un peroxyde, de préférence inorganique, suivie d'une étape de préparation des granulats.

2. Procédé de fabrication de granulats selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :

(a) réaliser, dans un dispositif extrudeur, un mélange réactionnel comprenant (i) ladite matière première végétale, (ii) de 0,5% à 12% en poids d'une solution dudit peroxyde et (iii) de 10% à 60% en poids d'eau, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

(b) obtenir un extrudat par le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur.

(c) préparer les granulats à partir de l'extrudat obtenu à l'étape (b).

3. Procédé de fabrication de granulats selon la revendication 2 caractérisé en ce que l'étape (b) comprend l'obtention d'un extrudat par (i) le chauffage du mélange réactionnel obtenu à l'étape (a) à une température allant de 120°C à 140°C dans ledit dispositif extrudeur (ii) suivi par le refroidissement dudit mélange réactionnel à une température allant de 70°C à 95°C.

4. Procédé de fabrication de granulats selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la matière première végétale comprend au moins 25% et au plus 95% en poids d'amidon, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

5. Procédé de fabrication de granulats selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que la matière première végétale est constituée par 87% à 100% en poids d'une matière brute céréalière et par 0% à 13% en poids d'une huile, les pourcentages en poids étant exprimés par rapport au poids sec de ladite matière première végétale.

6. Procédé de fabrication de granulats selon la revendication 5 caractérisé en ce que la dite matière brute céréalière consiste en un broyat de grains issus d'au moins une plante céréalière.

7. Procédé de fabrication de granulats selon la revendication 5 caractérisé en ce que la dite matière brute céréalière est constituée par un broyat de grains issus d'au moins une plante céréalière et d'un ou de plusieurs constituants broyés de la partie aérienne, autre que les grains, d'au moins une plante éventuellement non céréalière.

8. Procédé de fabrication de granulats selon l'une quelconque des revendications 4 à 5, ladite huile étant choisie parmi le groupe constitué par les huiles minérales, les huiles de synthèse, les huiles végétales, les huiles animales et le mélange desdites huiles.

9. Procédé de fabrication de granulats selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 caractérisé en ce que l'étape (c) comprend une étape finale consistant à sécher les granulats.

10.Procédé de fabrication de granulats légers selon l'une des revendications 1 à 9 caractérisé en ce qu'il comprend l'étape supplémentaire consistant à :

(d) enrober les granulats obtenus à l'étape (c) par un agent d'enrobage hydrophobe.

11. Granulat léger d'origine végétale obtenu par un procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 10.

12. Granulat léger d'origine végétale utilisable pour la préparation d'un matériau de construction, ledit granulat comprenant de 25% à 95% en poids de polysaccharides amylacés, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total de la matière sèche dudit granulat et présentant une masse volumique en vrac comprise entre 200 kg/m^3 et 700 kg/m^3,

13. Granulat léger selon la la revendication 12 caractérisé en ce qu'il présente :

(i) un coefficient d'absorption d'eau à 24 heures compris entre 60% et 300%, et

(ii) une résistance à l'écrasement en vrac égale ou supérieure à 1,2 MPa.

14. Utilisation des granulats selon l'une quelconque des revendications 11 à 13 pour la fabrication de matériaux de construction.

15. Matériau de construction caractérisé en ce qu'il est fabriqué à partir des granulats selon l'une quelconque des revendications 11 à 13.

Figure 1A

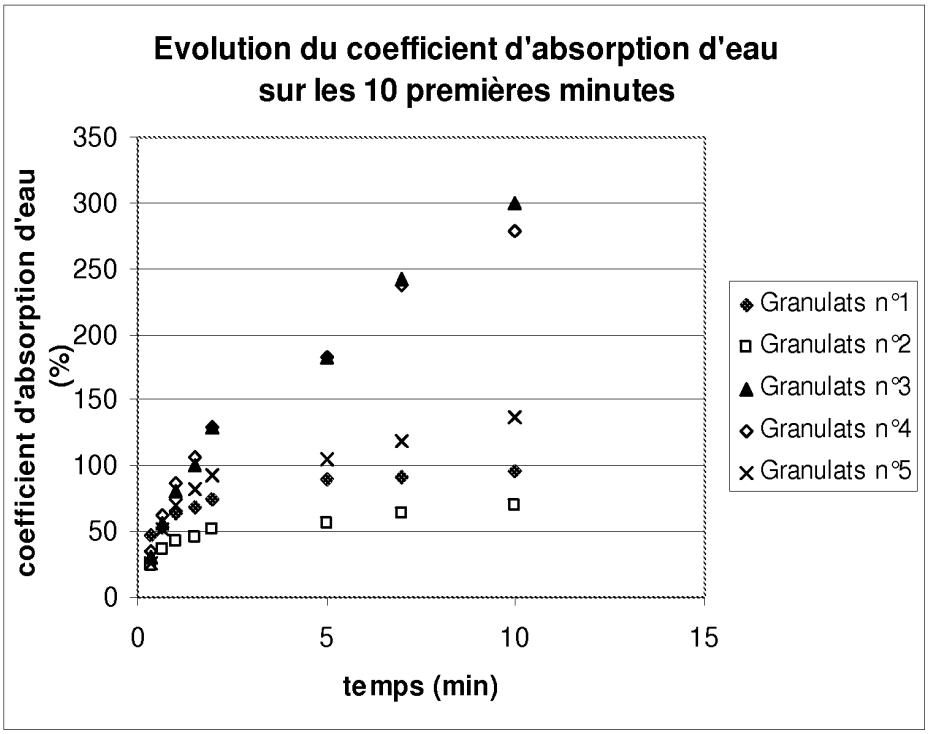
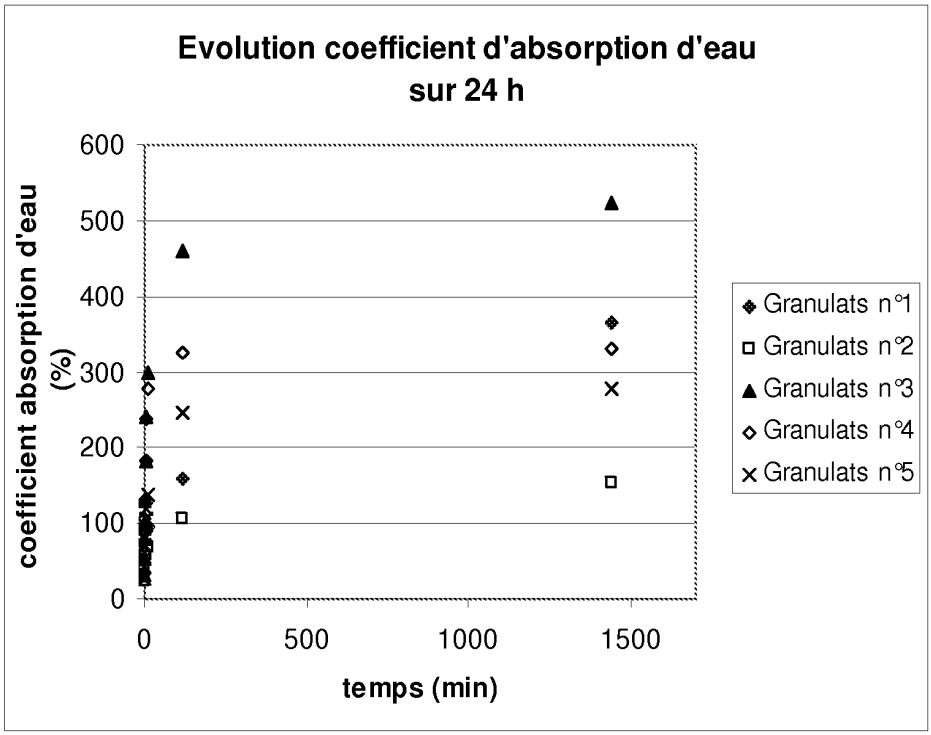


Figure 1B



RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement national

FA 717894
FR 0857826

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	WO 2008/093234 A2 (CAUCCI FRANCO [IT]) 7 août 2008 (2008-08-07) * revendications 1,13 * -----	1-11, 14-15	C04B18/24
A	EP 0 087 847 A1 (BIJENKORF ZETMEEL [NL]) 7 septembre 1983 (1983-09-07) * revendication 1 * -----	1-11, 14-15	
A	US 6 228 213 B1 (HANNA MILFORD [US] ET AL) 8 mai 2001 (2001-05-08) * colonne 4, ligne 44-54 * * revendications 1,18 * -----	1-11, 14-15	
A	DE 10 2007 013467 A1 (MAERTENS LUTZ [DE]) 25 septembre 2008 (2008-09-25) * revendication 1 * -----	14-15	

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)

C08J
C04B

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
3 août 2009	Oudot, René

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 12.99 (P04C35)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0857826 FA 717894

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 03-08-2009
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2008093234 A2	07-08-2008	AUCUN	
EP 0087847 A1	07-09-1983	DE 3206751 A1	01-09-1983
		JP 59500251 T	23-02-1984
		WO 8302955 A1	01-09-1983
US 6228213 B1	08-05-2001	AU 9490198 A	12-04-1999
		CA 2304104 A1	01-04-1999
		WO 9915564 A1	01-04-1999
DE 102007013467 A1	25-09-2008	AUCUN	

EPO FORM P0465

ABSENCE D'UNITÉ D'INVENTION
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE B

Numéro de la demande

FA 717894
FR 0857826

La division de la recherche estime que la présente demande de brevet ne satisfait pas à l'exigence relative à l'unité d'invention et concerne plusieurs inventions ou pluralités d'inventions, à savoir :

1. revendications: 1-11(complètement); 14-15(en partie)

   Procédé de fabrication de granulats d'origine végétale comprenant une étape d'extrusion réactive d'une matière première végétale en résence d'un peroxyde, suivie d'une étape de préparation des granulats.

   ---

2. revendications: 12-13(complètement); 14-15(en partie)

   Granulat léger d'origine végétale comprenant 25 à 95% en poids de polysaccharides amylacés, et présentant une masse volumique comprise entre 200 et 700kg/m3.

La première invention a été recherchée.

Il est considéré que les revendications couvrent 2 inventions.
Les raisons pour lesquelles la présente demande porte sur 2 inventions non liées entre elles, de telle sorte qu'elles ne formeraient qu'un seul concept inventif général, sont les suivantes:
- Le concept commun aux deux inventions est "un granulat d'origine végétale".
L'état de la technique est représenté par le document WO 2008/093234 (D1), qui décrit une procédé de préparation de granulés d'origine végétale, comprenant l'extrusion d'un mélange de deux matériaux végétaux à une température comprise entre 70 et 110 °C (Revendication 1).
Le granulé ainsi obtenu est également décrit dans D1 (Revendication 13).
- Le concept commun aux deux inventions est donc clairement divulgué dans D1.
- Le concept commun n'étant pas nouveau, il ne peut être le concept inventif général unissant les différentes inventions.
En conclusion, les deux groupes d'inventions ne sont pas liés par des éléments techniques particuliers identiques ou correspondants et définissent deux groupes d'inventions, non liées par une concept inventif général.
La recherche et l'examen ont été limitées au premier sujet mentionné.